

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: Tomoyuki KOBAYASHI, et al.

SERIAL NO: NEW APPLICATION

FILED: HEREWITH

FOR: CRYSTALLIZED GLASS FOR OPTICAL FILTER SUBSTRATE, AND OPTICAL FILTER

**REQUEST FOR PRIORITY**

COMMISSIONER FOR PATENTS  
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

Full benefit of the filing date of International Application Number PCT/JP02/02780, filed March 22, 2002, is claimed pursuant to the provisions of **35 U.S.C. §120**.

Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of **35 U.S.C. §119(e)**: Application No. Date Filed

Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of **35 U.S.C. §119**, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
Japan	2001-160126	May 29, 2001

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

are submitted herewith

will be submitted prior to payment of the Final Fee

were filed in prior application Serial No. filed

were submitted to the International Bureau in PCT Application Number  
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

(A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and

(B) Application Serial No.(s)  
 are submitted herewith  
 will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.

  
Norman F. Oblon

Registration No. 24,618

Customer Number

22850

Tel. (703) 413-3000  
Fax. (703) 413-2220  
(OSMMN 05/03)

Frederick D. Vastine  
Registration No. 27,013

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日  
Date of Application: 2001年 5月29日

出願番号  
Application Number: 特願2001-160126

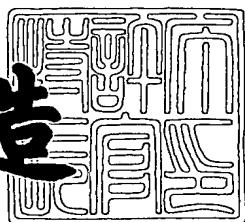
[ST.10/C]: [JP2001-160126]

出願人  
Applicant(s): 旭硝子株式会社

2002年 4月 9日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2002-3025430

【書類名】 特許願  
【整理番号】 20010349  
【提出日】 平成13年 5月29日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 C03C 3/083  
【発明者】  
【住所又は居所】 神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地 旭硝子株式会社内  
【氏名】 小林 友幸  
【発明者】  
【住所又は居所】 神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地 旭硝子株式会社内  
【氏名】 前田 敬  
【特許出願人】  
【識別番号】 000000044  
【氏名又は名称】 旭硝子株式会社  
【代表者】 石津 進也  
【電話番号】 03-3218-5645  
【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 042619  
【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 要約書 1  
【プルーフの要否】 要

【書類名】明細書

【発明の名称】光フィルタ基板用結晶化ガラスおよび光フィルタ

【特許請求の範囲】

【請求項1】

−30°C～70°Cにおける平均線膨張係数 $\alpha_L$ が $9.5 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ ～ $13.0 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ であって、 $\text{Na}_{4-x}\text{K}_x\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{16}$  ( $1 < x \leq 4$ ) である結晶または固溶体が析出している光フィルタ基板用結晶化ガラス。

【請求項2】

190°C～220°Cにおける平均線膨張係数 $\alpha_H$ が $8.0 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ ～ $15.0 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ である請求項1に記載の光フィルタ基板用結晶化ガラス。

【請求項3】

$\alpha_H$ が $11.0 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ ～ $14.5 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ である請求項1または2に記載の光フィルタ基板用結晶化ガラス。

【請求項4】

ヤング率が85GPa以上である請求項1、2または3に記載の光フィルタ基板用結晶化ガラス。

【請求項5】

波長1550nmの光に対する吸光係数が $0.03\text{mm}^{-1}$ 以下である請求項1、2、3または4に記載の光フィルタ基板用結晶化ガラス。

【請求項6】

下記酸化物基準のモル%表示で、

$\text{SiO}_2$	30～65%、
$\text{Al}_2\text{O}_3$	5～35%、
$\text{TiO}_2 + \text{ZrO}_2$	1～15%、
$\text{Na}_2\text{O}$	0～30%、
$\text{K}_2\text{O}$	5～30%、
$\text{Li}_2\text{O}$	0～15%、
$\text{MgO}$	0～15%、
$\text{CaO}$	0～15%、

S r O 0 ~ 1 5 %,  
 B a O 0 ~ 1 5 %,  
 Z n O 0 ~ 1 5 %,  
 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0 ~ 1 5 %,  
 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 0 ~ 1 5 %,  
 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0 ~ 1 5 %

から本質的になる請求項1～5のいずれかに記載の光フィルタ基板用結晶化ガラス。

#### 【請求項7】

請求項1～6のいずれかに記載の光フィルタ基板用結晶化ガラスからなる光フィルタ基板に誘電体多層膜が形成されていることを特徴とする光フィルタ。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

##### 【発明の属する技術分野】

本発明は、波長分割多重方式（WDM）光通信システムに用いられるバンドパスフィルタ等の光フィルタの基板に用いられる結晶化ガラスおよび光フィルタに関する。

##### 【0002】

##### 【従来の技術】

WDM光通信システムにおいては特定範囲の波長の光、たとえば1530～1620nmの特定の波長の光を選択的に透過させるバンドパスフィルタが必要とされ、当該バンドパスフィルタとしては、ガラス基板、結晶化ガラス基板等の基板の上に誘電体多層膜が形成されているバンドパスフィルタが使用されている。

前記誘電体多層膜は、TiO<sub>2</sub>、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>等の高屈折率誘電体の薄膜とSiO<sub>2</sub>等の低屈折率誘電体の薄膜とが交互に積層された膜であって、典型的には100層程度の多層膜である。

##### 【0003】

このようなバンドパスフィルタに用いられる基板には、誘電体多層膜の屈折率の温度変化を補償してバンドパスフィルタ通過波長の温度変化を抑制するために

、 $-30^{\circ}\text{C} \sim 70^{\circ}\text{C}$ における平均線膨張係数 $\alpha_L$ が $95 \times 10^{-7} / ^{\circ}\text{C} \sim 130 \times 10^{-7} / ^{\circ}\text{C}$ の範囲にあることが求められる。

#### 【0004】

モル%表示の組成が、 $\text{SiO}_2$ : 47.3%、 $\text{TiO}_2$ : 24.2%、 $\text{Na}_2\text{O}$ : 15.6%、 $\text{K}_2\text{O}$ : 6.3%、 $\text{Li}_2\text{O}$ : 4.6%、 $\text{BaO}$ : 1.8%、 $\text{MgO}$ : 0.2%、であるガラス（「従来ガラス」）は、その $\alpha_L$ が $101 \times 10^{-7} / ^{\circ}\text{C}$ であり、バンドパスフィルタの基板として使用されている。

#### 【0005】

しかし前記従来ガラスからなるガラス基板には成膜時の基板の反りが大きい問題があった。これは、従来ガラスのヤング率E（= 83 GPa）が小さいことによると考えられ、よりEの大きな基板が求められている。

この問題を解決する基板として、モル%表示の組成が、 $\text{SiO}_2$ : 74.1%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 4.0%、 $\text{ZrO}_2$ : 0.6%、 $\text{K}_2\text{O}$ : 1.2%、 $\text{Li}_2\text{O}$ : 1.1%、 $\text{MgO}$ : 1.1%、 $\text{ZnO}$ : 0.4%、 $\text{P}_2\text{O}_5$ : 0.4%、であって二珪酸リチウム結晶が析出している結晶化ガラス（「従来結晶化ガラス」）からなる結晶化ガラス基板が提案されている。この従来結晶化ガラスの $\alpha_L$ は $111 \times 10^{-7} / ^{\circ}\text{C}$ 、Eは96 GPaである。

#### 【0006】

##### 【発明が解決しようとする課題】

従来結晶化ガラスからなる結晶化ガラス基板は $\alpha_L$ およびEに関する課題を解決するものではあるが、従来ガラスからなるガラス基板に多層膜を成膜する場合に比べ成膜条件の調整が困難な問題があった。

本発明は、以上の課題を解決する光フィルタ基板用結晶化ガラスおよび光フィルタの提供を目的とする。

#### 【0007】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明は、 $-30^{\circ}\text{C} \sim 70^{\circ}\text{C}$ における平均線膨張係数 $\alpha_L$ が $95 \times 10^{-7} / ^{\circ}\text{C} \sim 130 \times 10^{-7} / ^{\circ}\text{C}$ であって、 $\text{Na}_{4-x}\text{K}_x\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{16}$ （ $1 < x \leq 4$ ）である結晶または固溶体が析出している光フィルタ基板用結晶化ガラスを提供する。

また、前記光フィルタ基板用結晶化ガラスからなる光フィルタ基板に誘電体多層膜が形成されていることを特徴とする光フィルタを提供する。

## 【0008】

本発明者は、従来結晶化ガラスからなる結晶化ガラス基板において成膜条件の調整が困難である原因が、70℃以上における膨張特性が従来結晶化ガラスと従来ガラスにおいて違うことに存在するものと考え、本発明に至った。

## 【0009】

## 【発明の実施の形態】

本発明における結晶化ガラスとは、ガラス中に結晶または固溶体が存在しているものであり、当該結晶または固溶体の存在は公知のX線回折法によって調べられる。

また、本発明の光フィルタ基板用結晶化ガラス（「本発明の結晶化ガラス」）は、バンドパスフィルタ等の光フィルタの基板に用いられる結晶化ガラスである。

## 【0010】

本発明の結晶化ガラスの $\alpha_L$ は $95 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C} \sim 130 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ であり、これにより、本発明の結晶化ガラスをWDM光信用バンドパスフィルタ等の基板に適用できる。 $\alpha_L$ は、好ましくは $100 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C} \sim 120 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ 以上である。

## 【0011】

本発明の結晶化ガラスの70℃～100℃における平均線膨張係数 $\alpha_{70}$ は、 $95 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C} \sim 125 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ であることが好ましい。なお、従来ガラスの $\alpha_{70}$ は $105 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ である。

本発明の結晶化ガラスの100℃～140℃における平均線膨張係数 $\alpha_{100}$ は、 $110 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C} \sim 135 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ であることが好ましい。なお、従来ガラスの $\alpha_{100}$ は $127 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ である。

本発明の結晶化ガラスの140℃～190℃における平均線膨張係数 $\alpha_{140}$ は、 $115 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C} \sim 140 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ であることが好ましい。なお、従来ガラスの $\alpha_{140}$ は $135 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ である。

## 【0012】

本発明の結晶化ガラスの190°C～220°Cにおける平均線膨張係数 $\alpha_H$ は、好ましくは $80 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C} \sim 150 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ 、より好ましくは $110 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C} \sim 145 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ 、特に好ましくは $120 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C} \sim 140 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ である。なお、従来ガラスの $\alpha_H$ は $137 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ 、従来結晶化ガラスの $\alpha_H$ は $65 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ である。

## 【0013】

本発明の結晶化ガラスは、従来結晶化ガラスと比較して、WDM光信用バンドパスフィルタ製造時の成膜が行われる典型的な温度、すなわち190～220°Cにおける膨張特性が従来ガラスの膨張特性により近く、したがって、成膜条件の調整が容易である。

## 【0014】

本発明の結晶化ガラスにおいて、 $\text{Na}_{4-x}\text{K}_x\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{16}$  ( $1 < x \leq 4$ ) である結晶または固溶体（以下これらを併せて「ネフェリンーカルシライト系結晶」という。）の析出は必須である。ネフェリンーカルシライト系結晶が析出していない場合、70°C以上における膨張特性、特に $\alpha_H$ を従来ガラスに近づけることが困難になる。

なお、本発明の結晶化ガラスには、本発明の目的を損なわない範囲でその他の結晶または固溶体が析出していてもよい。

## 【0015】

本発明の結晶化ガラスのEは85GPa以上であることが好ましい。85GPa未満では成膜時の基板の反りが大きくなるおそれがある。

## 【0016】

本発明の結晶化ガラスのビックアース硬度 $H_V$ は650以上であることが好ましい。650未満では、研磨または切断時に、割れまたはチッピングが発生するおそれがある。

## 【0017】

本発明の結晶化ガラスの、波長1550nmの光に対する吸光係数 $\mu_{1550}$ は0.03mm<sup>-1</sup>以下であることが好ましい。0.03mm<sup>-1</sup>超ではWDM光信用

バンドパスフィルタへの適用が困難になるおそれがある。より好ましくは0.02 mm<sup>-1</sup>以下、特に好ましくは0.01 mm<sup>-1</sup>以下、最も好ましくは0.005 mm<sup>-1</sup>以下である。なお、前記吸光係数は、たとえば、厚さの異なるサンプルの透過率から算出され、散乱などエネルギー吸収をともなわない損失による項を含む。

## 【0018】

本発明の結晶化ガラスは、典型的には次のようにして作製される。すなわち、原料を調合、混合し、次にこれを溶解して溶融ガラスとする。該溶融ガラスを所望の形状に成形、冷却後、熱処理を行ってネフェリンーカルサイト系結晶等の結晶または固溶体を析出させる。

## 【0019】

本発明の結晶化ガラスは、下記酸化物基準のモル%表示で、

SiO <sub>2</sub>	30～65%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5～35%
TiO <sub>2</sub> +ZrO <sub>2</sub>	1～15%
Na <sub>2</sub> O	0～30%
K <sub>2</sub> O	5～30%
Li <sub>2</sub> O	0～15%
MgO	0～15%
CaO	0～15%
SrO	0～15%
BaO	0～15%
ZnO	0～15%
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0～15%
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0～15%
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0～15%

から本質的になることが好ましい。

## 【0020】

下記酸化物基準のモル%表示で、

$\text{SiO}_2$	44~55%
$\text{Al}_2\text{O}_3$	15~25%
$\text{TiO}_2 + \text{ZrO}_2$	2~10%
$\text{Na}_2\text{O}$	0~20%
$\text{K}_2\text{O}$	5~25%
$\text{Li}_2\text{O}$	0~5%
$\text{MgO}$	0~10%
$\text{CaO}$	0~10%
$\text{SrO}$	0~10%
$\text{BaO}$	0~10%
$\text{ZnO}$	0~10%
$\text{B}_2\text{O}_3$	0~10%
$\text{P}_2\text{O}_5$	0~5%
$\text{Y}_2\text{O}_3$	0~10%

から本質的になることがより好ましい。

### 【0021】

次に、上記好ましい態様について、モル%を単に%と表示して説明する。

$\text{SiO}_2$ はネットワークフォーマであり、またネフェリンーカルシライト系結晶の主成分であって、必須である。30%未満では失透しやすくなる、または緻密なネフェリンーカルシライト系結晶が得られない。好ましくは35%以上、より好ましくは40%以上、特に好ましくは44%以上である。65%超では $\alpha_L$ 、 $\alpha_H$ 等の膨張係数（以下単に膨張係数という。）またはEが小さくなる。好ましくは60%以下、より好ましくは55%以下である。

### 【0022】

$\text{Al}_2\text{O}_3$ は化学的耐久性を向上させる成分であり、またネフェリンーカルシライト系結晶の主成分であって、必須である。5%未満ではネフェリンーカルシアライト系結晶が析出しにくい。好ましくは10%以上、より好ましくは13%以上、特に好ましくは15%以上である。35%超ではガラスの溶解が困難になる。好ましくは30%以下、より好ましくは27%以下、特に好ましくは25%以

下である。

## 【0023】

$TiO_2$ および $ZrO_2$ はネフェリンーカルシライト系結晶析出のための核形成剤であり、少なくともいずれか一方は必須である。 $TiO_2$ および $ZrO_2$ の含有量の合計が1%未満ではネフェリンーカルシライト系結晶の析出が困難になる。好ましくは2%以上である。前記合計が15%超では、ガラスの溶解が困難になる、または失透しやすくなる。好ましくは10%以下である。

## 【0024】

$TiO_2$ は、好ましくは10%以下、より好ましくは8%以下である。

$ZrO_2$ は、好ましくは10%以下、より好ましくは6%以下、特に好ましくは4%以下である。

## 【0025】

$Na_2O$ は必須ではないが、膨張係数を大きくし、またはガラスの溶解性を向上させるために30%まで含有してもよい。30%超では、Eが小さくなる、または化学的耐久性が低下する。好ましくは25%以下、より好ましくは20%以下、特に好ましくは15%以下、最も好ましくは10%以下である。

## 【0026】

$K_2O$ はネフェリンーカルシライト系結晶の主成分であり、膨張係数を大きくさせる成分であり、必須である。5%未満では、ネフェリンーカルシライト系結晶の析出が困難になる。30%超では、Eが小さくなる、または化学的耐久性が低下する。好ましくは25%以下、より好ましくは20%以下である。

## 【0027】

$Li_2O$ は必須ではないが、ガラスの溶解性を向上させるために、膨張係数を大きくするために、またはEを大きくするために15%まで含有してもよい。15%超では失透しやすくなる。好ましくは10%以下、より好ましくは5%以下である。 $Li_2O$ を含有する場合、その含有量は0.5%以上であることが好ましい。より好ましくは1%以上、特に好ましくは2%以上である。

## 【0028】

$MgO$ は必須ではないが、ガラスの溶解性を向上させるために、またはEを大

きくするために15%まで含有してもよい。15%超では失透しやすくなる。好みしくは12%以下、より好みしくは10%以下である。MgOを含有する場合、その含有量は1%以上であることが好みしい。より好みしくは2%以上である

## 【0029】

CaO、SrOおよびBaOはいずれも必須ではないが、ガラスの溶解性を向上させるために、または膨張係数を大きくするためにそれぞれ15%まで含有してもよい。15%超では失透しやすくなる、またはネフェリンーカルシアライト系結晶が析出しにくくなる。好みしくは12%以下、より好みしくは10%以下である。CaO、SrOまたはBaOを含有する場合、その含有量は1%以上であることが好みしい。より好みしくは2%以上である。

## 【0030】

ZnOは必須ではないが、ガラスの溶解性を向上させるために、またはEを大きくするために15%まで含有してもよい。15%超では失透しやすくなる。好みしくは12%以下、より好みしくは10%以下である。ZnOを含有する場合、その含有量は1%以上であることが好みしい。より好みしくは2%以上である

## 【0031】

B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>は必須ではないが、ガラスの溶解性を向上させるために15%まで含有してもよい。15%超ではEが小さくなりすぎる、または化学的耐久性が低下する。好みしくは10%以下である。B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を含有する場合、その含有量は0.1%以上であることが好みしい。より好みしくは1%以上、特に好みしくは3%以上である。また、化学的耐久性をより向上させたい場合、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>は実質的に含有しないことが好みしい。

## 【0032】

P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>は必須ではないが、ネフェリンーカルシアライト系結晶析出のための核形成を促進するために15%まで含有してもよい。15%超ではEが小さくなりすぎる、ガラスの溶解性が低下する、または失透しやすくなるおそれがある。好みしくは10%以下、より好みしくは5%以下である。P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を含有する場合、

その含有量は1%以上であることが好ましい。より好ましくは2%以上、特に好ましくは3%以上である。なお、ガラスの溶解性をより向上させたい場合、またはEをより大きくしたい場合、 $P_2O_5$ は実質的に含有しないことが好ましい。

## 【0033】

$Y_2O_3$ は必須ではないが、ガラスの溶解性を向上させるために、またはEを大きくするために、15%まで含有してもよい。15%超では失透しやすくなる。好ましくは10%以下である。 $Y_2O_3$ を含有する場合、その含有量は0.1%以上であることが好ましい。より好ましくは1%以上、特に好ましくは3%以上である。

## 【0034】

前記好ましい態様において本発明の結晶化ガラスは本質的に上記成分からなるが、その他の成分を本発明の目的を損なわない範囲で含有してもよい。前記その他成分の含有量の合計は、好ましくは15%以下、より好ましくは10%以下、特に好ましくは5%以下である。

## 【0035】

前記その他成分について以下に述べる。

Eを大きくするために、 $V_2O_5$ 、 $Cr_2O_3$ 、 $MnO$ 、 $Fe_2O_3$ 、 $CoO$ 、 $NiO$ 、 $CuO$ 、 $Ga_2O_3$ 、 $GeO_2$ 、 $Nb_2O_5$ 、 $MoO_3$ 、 $La_2O_3$ 、 $CeO_2$ 、 $Pr_2O_3$ 、 $Nd_2O_3$ 、 $Pm_2O_3$ 、 $Sm_2O_3$ 、 $Eu_2O_3$ 、 $Gd_2O_3$ 、 $Tb_2O_3$ 、 $Dy_2O_3$ 、 $Ho_2O_3$ 、 $Er_2O_3$ 、 $Tm_2O_3$ 、 $Yb_2O_3$ 、 $HfO_2$ 、 $Ta_2O_5$ および $WO_3$ からなる群（以下この群を群Aという。）から選ばれる1種以上の成分を含有してもよい。なお、群Aの成分の含有量の合計は15%以下であることが好ましい。15%超では、失透しやすくなる、または膨張係数が小さくなるおそれがある。より好ましくは10%以下、特に好ましくは5%以下、最も好ましくは3%以下である。また、群Aの成分を含有する場合、それらの含有量の合計は好ましくは0.1%以上、より好ましくは1%以上、特に好ましくは2%以上である。

## 【0036】

また、清澄剤として、 $SO_3$ 、 $As_2O_5$ 、 $Sb_2O_5$ 、F、Cl等を含有しても

よい。清澄剤の含有量の合計は2%以下であることが好ましく、特に $SO_3$ 、 $As_2O_5$ 、 $Sb_2O_5$ 、FおよびClの含有量の合計は1.9%以下であることが好ましい。

また、 $PbO$ は実質的に含有しないことが好ましい。

#### 【0037】

前記好ましい態様の本発明の結晶化ガラスは、たとえば次のようにして作製される。すなわち、ガラスを溶解し、板状に成形後、冷却してガラス板を得る。次に、該ガラス板を所望の寸法に切断後、当該切断されたガラス板について、500~750°Cに1時間~5時間保持して結晶核を生成させ、その後700~1000°Cに1時間~5時間保持して結晶を成長させる熱処理を行い、結晶化ガラスを得る。

#### 【0038】

本発明の光フィルタは、本発明の結晶化ガラスからなる光フィルタ基板に、蒸着法、スパッタリング法等により誘電体多層膜を形成して作製される。前記誘電体多層膜は、 $TiO_2$ 、 $Ta_2O_5$ 等の高屈折率誘電体の薄膜と $SiO_2$ 等の低屈折率誘電体の薄膜とが交互に積層された膜であって、典型的には100層程度の多層膜である。

#### 【0039】

本発明の光フィルタは、WDM光通信システムにおいて用いられるバンドパスフィルタ、エッジフィルタ、利得平坦化フィルタ、ビームスプリッタ等に好適であるが、用途はこれらに限定されない。

#### 【0040】

##### 【実施例】

表に示す例1~例3は実施例であり、例4、例5はそれぞれ市販の従来結晶化ガラス、従来ガラスであって比較例である。なお、表の $SiO_2$ ~ $P_2O_5$ の欄に示す組成はモル%表示の組成である。

例1~例3については、原料を調合して白金るつぼに入れ、1650°Cに加熱し5時間溶融した。なお、この際白金スターラにより2時間攪拌し溶融ガラスを均質化した。次いで溶融ガラスを流し出して板状に成形後、徐冷し、ガラス板を

得た。該ガラス板を、室温から500°Cまで300°C/時間の速度で、500°Cから750°Cまで50°C/時間の速度で、750°Cから900°Cまで300°C/時間の速度で昇温し、900°Cにt時間保持する熱処理を行った。前記t(単位:時間)は表に示す。

## 【0041】

例1～例5について、密度d(単位:g/cm)、E(単位:GPa)、膨張係数 $\alpha_L$ 、 $\alpha_{70}$ 、 $\alpha_{100}$ 、 $\alpha_{140}$ 、 $\alpha_H$ (単位: $10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ )、 $\mu_{1550}$ (単位:mm<sup>-1</sup>)、厚さ1mmでの内部透過率T(単位:%)、 $H_V$ 、析出結晶、を次のようにして測定または同定した。結果を表に示す。表中の「-」は当該データがないことを示す。

## 【0042】

d:アルキメデス法により測定した。

E:両面が平行になるように研磨された厚さが1.0～2.0mm、大きさが4cm×4cmの板状試料について、超音波パルス法により測定した。

## 【0043】

$\alpha_L$ 、 $\alpha_{70}$ 、 $\alpha_{100}$ 、 $\alpha_{140}$ 、 $\alpha_H$ :直径5mm、長さ20mmの円柱状に加工された試料について、熱機械分析装置(リガク(株)製、商品名:TMA 8140)を用いて5°C/分の速度で-50°Cから+230°Cまで昇温し、温度-伸びの関係を示す膨張曲線を得、該膨張曲線から算出した。

## 【0044】

$\mu_{1550}$ :両面が鏡面研磨された、大きさが4cm×4cm、厚さが1mmの板状試料、および厚さが4mmである以外は前記板状試料と同じ板状試料のそれについて、分光光度計((株)日立製作所製、商品名:U-3500)を用いて波長1550nmの光に対する透過率を測定した。該測定によって得られた厚さ1mmにおける透過率T<sub>1</sub>と厚さ4mmにおける透過率T<sub>4</sub>とから、次式により算出した。

$$\mu_{1550} = -100g_e (T_4/T_1)/3.$$

## 【0045】

T:次式により算出した。

$T = 100 \times \exp(-\mu_{1550})$ 。

【0046】

$H_V$ ：両面が平行になるように研磨された厚さが4 mm、大きさが4 cm  $\times$  4 cmの板状試料に、1 Nの荷重でピッカース圧子を押しつけて測定した。

【0047】

析出結晶：X線回折法により析出結晶を同定した。例1～例3においてはネフエリンーカルシライト固溶体  $\text{Na}_{4-x}\text{K}_x\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{16}$  ( $1 < x \leq 4$ ) (表ではN-Fと略記) が析出していた。

【0048】

【表1】

	例1	例2	例3	例4	例5
SiO <sub>2</sub>	50.6	44.1	44.1	74.1	47.3
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	22.2	25.3	25.3	4.0	0
TiO <sub>2</sub>	6.8	6.8	6.8	0	24.2
ZrO <sub>2</sub>	1.0	1.0	1.0	0.6	0
Na <sub>2</sub> O	9.7	8.4	8.4	0	15.6
K <sub>2</sub> O	9.7	8.4	8.4	1.2	6.3
Li <sub>2</sub> O	0	0	0	18.1	4.6
MgO	0	6.0	0	1.1	0.2
BaO	0	0	0	0	1.8
ZnO	0	0	6.0	0.4	0
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0	0	0	0.4	0
t	1	1	1	—	—
d	2.66	2.75	2.82	2.49	2.86
E	90	96	96	96	83
$\alpha_L$	109	101	101	111	104
$\alpha_{70}$	120	110	110	137	105
$\alpha_{100}$	124	112	112	128	127
$\alpha_{140}$	125	116	116	97	135
$\alpha_H$	133	118	118	65	137
$\mu$	0.001	0.003	0.003	0.004	—
T	99.9	99.7	99.7	99.6	—
H <sub>v</sub>	800	780	—	760	—
析出結晶	N-F	N-F	N-F	二珪酸リチウム	—

【0049】

## 【発明の効果】

本発明によれば、WDM光通信システムに使用されるバンドパスフィルタの製造に際し従来ガラスからなるガラス基板に対すると同様に成膜でき、前記バンドパスフィルタ通過波長の温度変化を抑制でき、かつ、Eが大きい光フィルタ基板を提供できる。さらに、吸光係数が小さい、すなわち内部透過率が大きい光フィ

ルタ基板、または硬度の大きい光フィルタ基板を提供できる。

【0050】

本発明の結晶化ガラスはEが大きいので成膜後の基板の反りを小さくでき、その結果、成膜後の基板の研磨、切断が容易になる。

また、本発明の結晶化ガラスは硬度が大きいので、研磨または切断時の基板の割れまたはチッピングが少なくなる。

【0051】

本発明の光フィルタは、その通過波長の温度依存性が小さく、波長間隔の小さく多密度の大きい光通信用フィルタを提供できる。

【書類名】要約書

【要約】

【課題】波長分割多重方式光通信システムのバンドパスフィルタの基板に使用でき、ヤング率が大きく、かつ従来のガラス基板と同様の条件で成膜できる結晶化ガラスの提供。

【解決手段】-30℃～70℃における平均線膨張係数が $9.5 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ ～ $1.30 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ であって、 $\text{Na}_{4-x}\text{K}_x\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{16}$  ( $1 < x \leq 4$ ) である結晶または固溶体が析出している光フィルタ基板用結晶化ガラス。

【選択図】なし

出願人履歴情報

識別番号 [000000044]

1. 変更年月日 1999年12月14日

[変更理由] 住所変更

住 所 東京都千代田区有楽町一丁目12番1号

氏 名 旭硝子株式会社